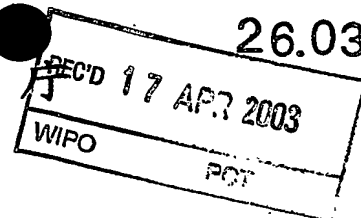


PCT/JP03/03720

26.03.03

日 本 国 特 許
JAPAN PATENT OFFICE



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 3月28日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-093053

[ST.10/C]:

[JP2002-093053]

出 願 人

Applicant(s):

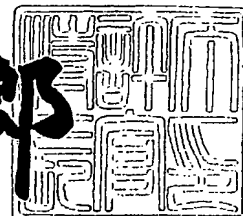
日本製紙株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 2月14日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3007593

【書類名】 特許願

【整理番号】 PA-ESBP

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 D21H 21/00

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都北区王子5丁目21番1号 日本製紙株式会社
技術研究所内

 【氏名】 中野 朋之

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都北区王子5丁目21番1号 日本製紙株式会社
技術研究所内

 【氏名】 南里 泰徳

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都北区王子5丁目21番1号 日本製紙株式会社
技術研究所内

 【氏名】 大橋 玲二

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都北区王子5丁目21番1号 日本製紙株式会社
技術研究所内

 【氏名】 中村 充利

【特許出願人】

 【識別番号】 000183484

 【氏名又は名称】 日本製紙株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100074572

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 河澄 和夫

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 012553

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9704982

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 嵩高紙

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 p H2における電荷量が2.0m当量／g以下で、かつp H12における電荷量が2.0m当量／g以下を示すポリアクリルアミドを配合した嵩高紙。

【請求項 2】 請求項 1 に記載のポリアクリルアミドと、填料として嵩比重 0.3 g／m l 以下の無定形シリカもしくは無定形シリケートを配合した嵩高紙。

【請求項 3】 請求項 1 に記載のポリアクリルアミドと、脂肪酸ポリアミド化合物からなる嵩高剤または多価アルコールと脂肪酸のエステル化合物からなる嵩高剤を配合した嵩高紙。

【請求項 4】 請求項 1 に記載のポリアクリルアミドと、マーセル化パルプまたは架橋パルプを配合した嵩高紙。

【請求項 5】 ポリアクリルアミドを配合した嵩高紙の相対結合面積が、ポリアクリルアミドを配合しない嵩高紙の相対結合面積に対し1.2倍以下となる請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の嵩高紙。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【産業上の利用分野】

本発明は特定のポリアクリルアミドを配合した嵩高紙に関するもので、紙の密度を増加させることなく引張り強度や層間強度等の紙力を向上させ、不透明度や白色度等の光学特性が良好な嵩高紙に関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

近年、環境保護意識の高まりと紙の製造コスト削減の点からパルプ使用量の削減が進行し、書籍用紙や新聞用紙等の洋紙分野において紙の嵩高化が進んでいる。

【 0 0 0 3 】

紙の嵩高化の手段としては、紙抄造時のプレス工程でプレス圧を低くすること

や紙の表面に平滑性を付与するために行われるカレンダー処理を行わない又は低線圧で行う方法が挙げられる。しかし、平滑性が低下し印刷適性が劣るという問題がある。また、填料として嵩比重 0.3 g/m^3 以下の無定形シリカもしくは無定形シリケートを用いる方法（特開平10-226982号公報）、紙の密度を低下させる薬品である嵩高剤として特定のアルコール及び／またはそのポリオキシアルキレン付加物を利用する方法（WO98/03730号公報）、同じく嵩高剤として多価アルコールと脂肪酸のエステル化合物を用いる方法（特開2000-34691号公報）、架橋パルプを用いる方法（特開平4-185792号公報）、マーセル化パルプを用いる方法（特開平7-189168号公報）、合成繊維と混抄する方法（特開平3-269199号公報）、パルプ繊維間に無機物を充填する方法（特開平3-128895号公報）、空隙をもたらす発泡性粒子を利用する方法（特開平5-230798号公報）などがある。しかし、上記手法で作製した嵩高紙は引張り強度、層間強度等の紙力を低下させるなど品質上問題を生じる可能性が大きい。

【 0 0 0 4 】

紙力を向上させる手段として、各種紙力増強剤の利用が考えられる。代表的な紙力増強剤として現在、ポリアクリルアミドや澱粉が用いられることが多い。しかし、嵩高紙に一般的な紙力増強剤を用いた場合、紙力は向上するものの、密度に悪影響を与えるものや不透明度、白色度を悪化させるものがあり、その最適な選択が必要となっている。

【 0 0 0 5 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、紙力が向上し、光学特性の良好な嵩高紙を提供することである。

【 0 0 0 6 】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、嵩高紙に各種紙力増強剤を配合した影響を明らかにすることができた。まず、嵩高紙にカチオン化澱粉や両性化澱粉に代表される澱粉系紙力増強剤を用いた場合、密度を大きくしさらには光学特性特に不透明度を悪化させる場合が多いことが判明した。

その原因と予想される紙の繊維間結合面積の指標となる相対結合面積を測定すると、澱粉を配合した紙の相対結合面積は配合しない場合に比べてその値が大幅に増加していた。一方、各種手法で作製した嵩高紙と通常密度の紙、例えば嵩高剤を用いて作製した嵩高紙と嵩高剤を用いない紙とで相対結合面積を比較すると、嵩高剤を配合した嵩高紙は配合しない場合に比べてその値が大幅に減少することが分かった。つまり、澱粉と嵩高剤の相対結合面積に与える影響は正反対であり、これらを併用して使用した場合、密度や不透明度に悪影響を与える可能性が大きいと推測している。

【0007】

一方、ポリアクリルアミド系紙力増強剤は密度を大きくして嵩高性を阻害するものと、密度に影響せずに嵩高性を維持しつつ紙力を向上し光学特性を悪化させないものがあることを見い出した。紙力増強剤として用いられるポリアクリルアミドは直鎖型または分岐架橋型といった分子形状による違いやカルボキシル基に代表されるアニオン性基の種類と量、4級及び／または3級アンモニウムカチオン基に代表されるカチオン性基の種類と量、カチオン性基やアニオン性基の分子上のランダムまたはブロック、グラフトといった分布状態等で異なった紙力向上性能や凝集性、歩留まり度、濾水性等の効果を発揮する。本研究者らは、嵩高紙の密度に影響せず紙力を向上し良好な光学特性を示すポリアクリルアミドとは、アニオン性基量やカチオン性基量がともに小さい値を示すことを見い出した。アニオン性基量とカチオン性基量の小さいポリアクリルアミドは相対的にパルプとの水素結合で強度を発現するアミド基量が大きくなり結合強度が増すため、効率良く紙力を向上し、密度に影響せずに光学特性を良化するものと推定している。また、澱粉とは異なりポリアクリルアミドの相対結合面積に与える影響は小さいが、密度に影響せずに嵩高性を維持しつつ紙力を向上し光学特性を悪化させないポリアクリルアミドとは、それを配合した嵩高紙の相対結合面積が配合しない嵩高紙の相対結合面積に対し、少なくとも1.2倍以下になるポリアクリルアミドであることが分かった。

【0008】

【発明の実施の形態】

以下に本発明を詳細に説明する。

【0009】

本発明で用いられるポリアクリルアミドは、カルボキシル基に代表されるアニオン性基と、4級及び／または3級アンモニウムカチオン基に代表されるカチオン性基を同一分子中に有し、pH2における電荷量が2.0m当量/g以下で、かつpH12における電荷量が2.0m当量/g以下を示すポリアクリルアミドである。各pHにおける電荷量は、そのpHにおいて活性なカチオン性基量とアニオン性基量の差を示しており、pH2においてはカチオン性基の活性が優位なため正の電位を示し、pH12ではアニオン性基が優位なため負の電位を示す。

【0010】

本発明で使用するポリアクリルアミドは、少なくともアクリルアミドモノマー類、カチオン性モノマー、アニオン性モノマーを共重合して製造される。

【0011】

本発明のポリアクリルアミドの原料として使用されるアクリルアミドモノマー類としては、アクリルアミド、メタアクリルアミドが最も好ましい。他にN-エチルアクリルアミド、N,N-ジメチルアクリルアミド、N-イソプロピルアクリルアミド、ダイアセトンアクリルアミド等の水溶性であるN置換低級アルキルアクリルアミド等が挙げられ、これらを1種または2種以上併用することができる。

【0012】

カチオン性モノマーとしては、例えば、N,N-ジメチルアミノエチル（メタ）アクリレート、N,N-ジエチルアミノエチル（メタ）アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル（メタ）アクリレート、N,N-ジエチルアミノプロピル（メタ）アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル（メタ）アクリルアミド、N,N-ジエチルアミノプロピル（メタ）アクリルアミド、アリルアミン、ジアリルアミン等の3級アミン系モノマーまたはそれらの塩酸、硫酸、酢酸などの無機酸もしくは有機酸の塩類、または3級アミン系モノマーを塩化メチル、塩化ベンジル、ジメチル硫酸、エピクロルヒドリン等との反応で4級化した4級アンモニウム塩系のモノマー等を挙げることができる。これらのカチオン性モノ

マーを単独または2種以上併用して使用できる。

【0013】

アニオン性モノマーとしては、カルボキシル基を含有するモノマー、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸等のモノカルボン酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、シトラコン酸、ムコン酸等のジカルボン酸が挙げられる。これらアニオン性モノマーを単独または2種以上併用して用いることができる。

【0014】

加えて、ノニオン性モノマーとして前記アニオン性モノマーのアルキルエステル（アルキル基の炭素数1～8）やアクリロニトリル、スチレン鎖、酢酸ビニル、メチルビニルエーテル等を単独または2種以上併用して用いることができる。

【0015】

さらには、架橋性モノマーとしてエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ジエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート等のジ（メタ）アクリレート類やメチレンビス（メタ）アクリルアミド、エチレンビス（メタ）アクリルアミド、ヘキサメチレンビス（メタ）アクリルアミド等のビス（メタ）アクリルアミド類、アジピン酸ジビニル、セバシン酸ビニル等のジビニルエステル類、アリルメタクリレート、ジアリルアミン、ジアリルジメチルアンモニウム、ジアリルフタレート等の2官能性ビニルモノマー、1, 3, 5-トリアクリロイルヘキサヒドロ-S-トリアジン、トリアリルイソシアヌレート等の3官能性ビニルモノマーが挙げられる。これら架橋性モノマーを単独または2種以上併用して用いることができる。

【0016】

本発明のポリアクリルアミドはpH2における電荷量が2.0m当量/g以下で、且つpH12における電荷量が2.0m当量/g以下を示すことが好ましく、さらにはpH2における電荷量が1.5m当量/g以下、pH12における電荷量が1.8m当量/g以下であることが望ましい。また、ポリアクリルアミドを配合した嵩高紙の相対結合面積が、これを配合しない嵩高紙の相対結合面積に対し、1.2倍以下になるものが有用である。

【0017】

本発明のポリアクリルアミドの平均分子量としては200万～400万であることが好ましく、さらには250万～350万の範囲が特に好ましい。

【0018】

本発明のポリアクリルアミドを紙中に内添させる場合には、対パルプ絶乾重量当たり0.01～3.0重量%の範囲で添加することが好ましく、さらには0.05～1.5重量%が特に好ましい。

【0019】

本発明のポリアクリルアミドを配合する嵩高紙とは、紙抄造時のプレス工程でプレス圧を低くすることや紙の表面に平滑性を付与するために行われるカレンダー処理を行わない、あるいは低線圧で行って作製した嵩高紙が挙げられる。

【0020】

また、ケイ酸ナトリウムと硫酸を反応させて得られる無定形シリカやケイ酸ナトリウムと硫酸の反応時に他の無機化合物を反応させることによるケイ酸塩、例えば含水ケイ酸アルミニウムや含水ケイ酸アルミニウムソーダ、含水ケイ酸カルシウム、含水ケイ酸マグネシウムなど無定形シリケートの内、嵩比重が0.3g/ml以下のものを填料として用いた嵩高紙である。

【0021】

さらには、脂肪酸ポリアミドポリアミン化合物やステアリルアルコールのエチレンオキサイド付加物、ステアリルアルコールのプロピレンオキサイド付加物、デシルアルコールのエチレンオキサイド付加物、ペンタエリスリトールステアレート、ステアリン酸モノグリセライドなど多価アルコールと脂肪酸のエステル化合物など紙の密度を低下させる薬品、いわゆる嵩高剤を用いた嵩高紙である。

【0022】

また、セルロースのヒドロキシル基と反応する官能基を有するジメチロールエチレン尿素やジメチロールジヒドロキシエチレン尿素、エチレングリコールジグリシジルエーテル、ジヒドロキシエチレン尿素等の架橋剤を用いて製造される架橋パルプを用いた嵩高紙やパルプをアルカリ水溶液で処理して製造されるマーセル化パルプを用いた嵩高紙である。

【0023】

加えて、合成繊維と混抄する方法、パルプ繊維間に無機物を充填する方法、空隙をもたらす発泡性粒子を利用する方法などで作製する嵩高紙を示す。

【0024】

本発明の嵩高紙は、上質印刷用紙、中質印刷用紙、新聞印刷用紙等の非塗工印刷用紙、アート紙、キャストコート紙、上質コート紙等の原紙、PPC用紙、インクジェット記録用紙、レーザープリンター用紙、フォーム用紙、熱転写用紙、感熱記録用紙、感圧記録用紙等の記録用紙等に使用することができる。

【0025】

【実施例】

以下に実施例を示し、本発明をより具体的に説明するが、これらに限定されるものではない。なお、例中の％は全て重量％を示す。

【0026】

＜ポリアクリルアミドの電荷量の算出＞

表1に示したポリアクリルアミドについて、pH2及びpH12における電荷量を下記の方法にて測定し、結果を表1に示した。

・ pH2における電荷量

ポリアクリルアミドに脱イオン水を加えて濃度0.5g/lとし、塩酸水溶液を加えてpH2に調整した。5分間放置した後、粒子表面電荷量測定装置 [Model PCD03] (Mutek社製) にてポリビニル硫酸カリウム (PVSK) を用いて滴定した。下記式よりpH2における電荷量を求めた。

$$\text{電荷量 (m当量/g)} = V \times C / W$$

(式中のVはPVSKの滴定量 (ml)、CはPVSKの濃度 (mol/l)、Wはサンプル量 (g) を示す)

・ pH12における電荷量

ポリアクリルアミドに脱イオン水を加えて濃度0.5g/lとし、水酸化ナトリウム水溶液を加えてpH12に調整した。5分間放置した後、粒子表面電荷量測定装置 [Model PCD03] (Mutek社製) にてポリジアリルジメチルアンモニウムクロライド (pDADMAC) を用いて滴定した。下記式よりpH12における電荷量を求めた。

$$\text{電荷量 (m当量/g)} = V \times C / W$$

(式中のVはpDADMACの滴定量 (ml)、CはpDADMACの濃度 (mg/ml)、Wはサンプル量 (g) を示す。)

【0027】

【表1】

紙力増強剤	pH2における電荷量 (m当量/g)	pH12における電荷量 (m当量/g)
PAM-01	0.49	1.29
PAM-02	0.72	1.73
PAM-03	0.44	1.09
PAM-04	0.89	0.99
PAM-05	1.33	1.07
PAM-06	0.97	1.35
PAM-07	1.11	1.80
PAM-08	0.74	2.20
PAM-09	2.17	2.39
PAM-10	1.07	2.01
PAM-11	-	2.14

【0028】

＜ポリアクリルアミドまたは澱粉を配合した紙の相対結合面積の算出＞

ポリアクリルアミド、澱粉の相対結合面積を下記の(式1)から算出(参考: Philip Luner et.al, TAPPI, 44(6), 409(1961))し、結果を表2に示した。

$$\text{相対結合面積} = (S_0 - S_x) / S_0 \quad (\text{式1})$$

(式中の S_0 は未叩解パルプから調整した非結合シートの比散乱係数、 S_x はサンプルの比散乱係数を示す)

・ S_0 の測定

未叩解LBKP(濾水度CSF660ml)に硫酸バンドをパルプ絶乾重量当り0.9%、ポリアクリルアミドをパルプ絶乾重量当り0.1%(但し澱粉の場合はパルプ絶乾重量当り0.3%)となるように添加し、このパルプスラリーを抄紙後のシート坪量が 70 g/m^2 になるように計り取り、丸型TAPPI抄紙機にて150メ

ツシュワイヤー（面積 200 cm^2 ）で抄紙した。次に、 1.25 kg f / cm^2 で5分間プレス機にてプレス脱水し、 110°C 、60秒の条件でシリンダードライヤー乾燥して手抄き紙を作成した。また、プレス条件を 1.25 kg f / cm^2 で5分間さらに 4.18 kg f / cm^2 で2分間とした手抄き紙、 4.18 kg f / cm^2 で5分間さらに 4.18 kg f / cm^2 で2分間とした手抄き紙、 20.0 kg f / cm^2 で5分間さらに 20.0 kg f / cm^2 で2分間とした手抄き紙、といったプレス条件を変更した手抄き紙も作製した。これらの手抄き紙を 23°C 、湿度50%の条件で1日間調湿した後、比散乱係数と裂断長を測定した。比散乱係数と裂断長の値をグラフにプロットして近似曲線を作成し、外挿して裂断長がゼロとなる比散乱係数の値を S_0 と規定した。

・ S_x の測定

叩解LBKP（濾水度CSF435ml）に硫酸バンドをパルプ絶乾重量当り0.9%、ポリアクリルアミドをパルプ絶乾重量当り0.1%（但し澱粉の場合はパルプ絶乾重量当り0.3%）添加し、このパルプスラリーを抄紙後のシート坪量が 70 g / m^2 になるように計り取り、丸型TAPPI抄紙機にて150メッシュワイヤー（面積 200 cm^2 ）で抄紙した。次に、 4.18 kg f / cm^2 で5分間さらに 4.18 kg f / cm^2 で2分間プレス機にてプレス脱水し、 110°C 、60秒の条件でシリンダードライヤーで乾燥して手抄き紙を作成した。得られた手抄き紙を 23°C 、湿度50%の条件で1日間調湿した後、比散乱係数を測定し、これを S_x とした。

【0029】

【表2】

紙力増強剤	相対結合面積	対Blank比の相対結合面積
PAM-01	0.189	1.07
PAM-02	0.191	1.09
PAM-03	0.183	1.04
PAM-04	0.185	1.05
PAM-05	0.183	1.04
PAM-06	0.190	1.08
PAM-07	0.198	1.13
PAM-08	0.221	1.26
PAM-09	0.219	1.24
PAM-10	0.228	1.30
PAM-11	0.231	1.31
澱粉-01	0.255	1.45
澱粉-02	0.271	1.54
なし	0.176	—

【0030】

[実施例1～7、比較例1～4]

L B K P（濾水度 C S F 385 m l）に硫酸バンドをパルプ絶乾重量当り0.9%、表3に示したポリアクリルアミドをパルプ絶乾重量当り0.3%、填料としてチキソレックス17（ローディア社製）を紙重量当り10重量%となるように添加した。このパルプスラリーを抄紙後のシートの坪量が $60 \text{ g} / \text{m}^2$ になるように計り取り、丸型 T A P P I 抄紙機にて150メッシュワイヤー（面積 200 cm^2 ）で抄紙した。次に、 $4.18 \text{ kg f} / \text{cm}^2$ で5分間さらに $4.18 \text{ kg f} / \text{cm}^2$ で2分間プレス機にてプレス脱水し、 50°C で1時間緊張乾燥して手抄き紙を作成した。

【0031】

[比較例5～6]

L B K P（濾水度 C S F 385 m l）に硫酸バンドをパルプ絶乾重量当り0.9%、表3に示した澱粉をパルプ絶乾重量当り1.0%、填料としてチキソレックス17（ローディア社製）を紙重量当り10重量%となるように添加した。このパルプス

ラリーを抄紙後のシートの坪量が 60 g/m^2 になるように計り取り、丸型TAPPI抄紙機にて150メッシュワイヤー（面積 200 cm^2 ）で抄紙した。次に、 4.18 kgf/cm^2 で5分間さらに 4.18 kgf/cm^2 で2分間プレス機にてプレス脱水し、 50°C で1時間緊張乾燥して手抄き紙を作成した。

【0032】

〔比較例7〕

ポリアクリルアミドを添加しない以外は、実施例1と同様にして手抄き紙を作成した。

【0033】

実施例1～7及び比較例1～7の手抄き紙を 23°C 、湿度50%の条件で1日間調湿した後、密度、裂断長、白色度、不透明度を以下の方法で測定し、結果を表3に示した。

- ・密度：JIS P8118に準拠した。
- ・裂断長：JIS P8113に準拠した。
- ・ハンター白色度：JIS P8123に準拠した。
- ・ハンター不透明度：JIS P8138に準拠した。

【0034】

【表3】

	紙力増強剤	密度 (g/cm^3)	裂断長 (km)	ハンター白 色度 (%)	ハンター不 透明度 (%)
実施例1	PAM-01	0.522	3.32	84.6	85.4
実施例2	PAM-02	0.522	3.31	84.5	85.5
実施例3	PAM-03	0.520	3.32	84.4	85.5
実施例4	PAM-04	0.521	3.25	84.5	85.4
実施例5	PAM-05	0.522	3.28	84.3	85.6
実施例6	PAM-06	0.523	3.20	84.4	85.4
実施例7	PAM-07	0.523	3.25	84.4	85.3
比較例1	PAM-08	0.530	3.10	84.0	84.8
比較例2	PAM-09	0.533	3.13	84.0	84.9
比較例3	PAM-10	0.531	3.12	83.9	84.8
比較例4	PAM-11	0.530	3.16	84.0	84.9
比較例5	澱粉-01	0.529	3.19	84.1	84.3
比較例6	澱粉-02	0.541	3.16	83.8	83.9
比較例7	なし	0.522	2.90	84.8	84.6

【 0 0 3 5 】

[実施例 8 ～ 1 4、比較例 8 ～ 1 1]

L B K P (濾水度 C S F 435 m l) に硫酸バンドをパルプ絶乾重量当り 0.9%、サイズ剤としてアルキルケテンダイマーをパルプ絶乾重量当り 0.2%、表 4 に示したポリアクリルアミドをパルプ絶乾重量当り 0.1%、填料として炭酸カルシウムを紙重量当り 30 重量%、嵩高剤として K B - 1 1 0 (花王 (株) 製) をパルプ絶乾重量当り 0.6% となるように添加した。このパルプスラリーを抄紙後のシートの坪量が $80 \text{ g} / \text{m}^2$ になるように計り取り、丸型 T A P P I 抄紙機にて 150 メッシュワイヤー (面積 200 cm^2) で抄紙した。次に、 $4.18 \text{ kg f} / \text{cm}^2$ で 5 分間さらに $4.18 \text{ kg f} / \text{cm}^2$ で 2 分間プレス機にてプレス脱水し、 110°C 、60 秒の条件でシリンドラードライヤーで乾燥して手抄き紙を作成した。

【 0 0 3 6 】

[比較例 1 2 ～ 1 3]

L B K P (濾水度 C S F 435 m l) に硫酸バンドをパルプ絶乾重量当り 0.9%、サイズ剤としてアルキルケテンダイマーをパルプ絶乾重量当り 0.2%、表 4 に示した澱粉をパルプ絶乾重量当り 0.3%、填料として炭酸カルシウムを紙重量当り 30 重量%、嵩高剤として K B - 1 1 0 (花王 (株) 製) をパルプ絶乾重量当り 0.6% となるように添加した。このパルプスラリーを抄紙後のシートの坪量が $80 \text{ g} / \text{m}^2$ になるように計り取り、丸型 T A P P I 抄紙機にて 150 メッシュワイヤー (面積 200 cm^2) で抄紙した。次に、 $4.18 \text{ kg f} / \text{cm}^2$ で 5 分間さらに $4.18 \text{ kg f} / \text{cm}^2$ で 2 分間プレス機にてプレス脱水し、 110°C 、60 秒の条件でシリンドラードライヤーで乾燥して手抄き紙を作成した。

【 0 0 3 7 】

[比較例 1 4]

ポリアクリルアミドを添加しない以外は、実施例 1 と同様にして手抄き紙を作成した。

【 0 0 3 8 】

実施例 8 ～ 1 4 及び比較例 8 ～ 1 4 の手抄き紙を 23°C 、湿度 50% の条件で 1 日

間調湿した後、密度、裂断長、白色度、不透明度を前述の方法で測定し、結果を表4に示した。

【0039】

【表4】

	紙力増強剤	密度 (g/cm^3)	裂断長 (km)	ハンター白 色度 (%)	ハンター不 透明度 (%)
実施例 8	PAM-01	0.552	1.20	94.3	96.0
実施例 9	PAM-02	0.553	1.19	89.6	95.8
実施例 10	PAM-03	0.548	1.21	88.9	96.3
実施例 11	PAM-04	0.554	1.18	89.5	96.0
実施例 12	PAM-05	0.552	1.17	89.6	95.9
実施例 13	PAM-06	0.553	1.07	95.0	95.8
実施例 14	PAM-07	0.554	1.07	94.9	95.9
比較例 8	PAM-08	0.575	1.24	95.1	94.2
比較例 9	PAM-09	0.565	1.25	95.0	94.9
比較例 10	PAM-10	0.570	1.20	95.1	95.0
比較例 11	PAM-11	0.571	1.18	95.2	95.1
比較例 12	澱粉-01	0.568	1.19	89.8	93.8
比較例 13	澱粉-02	0.572	1.18	90.2	93.4
比較例 14	なし	0.551	1.02	95.1	95.2

【0040】

[実施例 15～21、比較例 15～18]

LBKP（濾水度CSF385ml）に硫酸バンドをパルプ絶乾重量当り0.9%、表5に示したポリアクリルアミドをパルプ絶乾重量当り0.3%、嵩高剤としてKB-08W（花王（株）製）をパルプ絶乾重量当り1.0%となるように添加した。このパルプスラリーを抄紙後のシートの坪量が $60\text{ g}/\text{m}^2$ になるように計り取り、丸型TAPPI抄紙機にて150メッシュワイヤー（面積 200 cm^2 ）で抄紙した。次に、 $4.18\text{ kgf}/\text{cm}^2$ で5分間さらに $4.18\text{ kgf}/\text{cm}^2$ で2分間プレス機にてプレス脱水し、 110°C 、60秒の条件でシリンダドライヤーで乾燥して手抄き紙を作成した。

【0041】

[比較例 19～20]

LBKP（濾水度CSF385ml）に硫酸バンドをパルプ絶乾重量当り0.9%、

表5に示した澱粉をパルプ絶乾重量当り1.0%、嵩高剤としてKB-08W（花王（株）製）をパルプ絶乾重量当り1.0%となるように添加した。このパルプスラリーを抄紙後のシートの坪量が 60 g/m^2 になるように計り取り、丸型TAPPI抄紙機にて150メッシュワイヤー（面積 200 cm^2 ）で抄紙した。次に、 4.18 kgf/cm^2 で5分間さらに 4.18 kgf/cm^2 で2分間プレス機にてプレス脱水し、 110°C 、60秒の条件でシリンダドライヤーで乾燥して手抄き紙を作成した。

【0042】

[比較例21]

ポリアクリルアミドを添加しない以外は、実施例15と同様にして手抄き紙を作成した。

【0043】

実施例15～21及び比較例15～21の手抄き紙を 23°C 、湿度50%の条件で1日間調湿した後、密度、裂断長、白色度、不透明度を前述の方法で測定し、結果を表5に示した。

【0044】

【表5】

	紙力増強剤	密度 (g/cm^3)	裂断長 (km)	ハンター白 色度 (%)	ハンター不 透明度 (%)
実施例8	PAM-01	0.552	1.20	94.3	96.0
実施例9	PAM-02	0.553	1.19	89.6	95.8
実施例10	PAM-03	0.548	1.21	88.9	96.3
実施例11	PAM-04	0.554	1.18	89.5	96.0
実施例12	PAM-05	0.552	1.17	89.6	95.9
実施例13	PAM-06	0.553	1.07	95.0	95.8
実施例14	PAM-07	0.554	1.07	94.9	95.9
比較例8	PAM-08	0.575	1.24	95.1	94.2
比較例9	PAM-09	0.565	1.25	95.0	94.9
比較例10	PAM-10	0.570	1.20	95.1	95.0
比較例11	PAM-11	0.571	1.18	95.2	95.1
比較例12	澱粉-01	0.568	1.19	89.8	93.8
比較例13	澱粉-02	0.572	1.18	90.2	93.4
比較例14	なし	0.551	1.02	95.1	95.2

【0045】

[実施例 22～28、比較例 22～25]

針葉樹パルプを濃度15%の水酸化ナトリウム水溶液に20℃、30分浸漬した後、硫酸水溶液を加えて中和した。ここにジメチロールジヒドロキシエチレン尿素を加えて70℃、2時間攪拌して反応を行った。得られた架橋パルプ（濾水度CSF420ml）10重量部とLBKP（濾水度CSF435ml）90重量部から成る混合パルプに、硫酸バンドをパルプ絶乾重量当り0.9%、表6に示したポリアクリルアミドをパルプ絶乾重量当り0.3%となるように添加した。このパルプスラリーを抄紙後のシートの坪量が 60 g/m^2 になるように計り取り、丸型TAPPI抄紙機にて150メッシュワイヤー（面積 200 cm^2 ）で抄紙した。次に、 4.18 kgf/cm^2 で5分間さらに 4.18 kgf/cm^2 で2分間プレス機にてプレス脱水し、50℃で1時間緊張乾燥して手抄き紙を作成した。

【0046】

[比較例 26～27]

針葉樹パルプを濃度15%の水酸化ナトリウム水溶液に20℃、30分浸漬した後、硫酸水溶液を加えて中和した。ここにジメチロールジヒドロキシエチレン尿素を加えて70℃、2時間攪拌して反応を行った。得られた架橋パルプ（濾水度CSF420ml）10重量部とLBKP（濾水度CSF435ml）90重量部から成る混合パルプに、硫酸バンドをパルプ絶乾重量当り0.9%、表6に示した澱粉をパルプ絶乾重量当り1.0%となるように添加した。このパルプスラリーを抄紙後のシートの坪量が 60 g/m^2 になるように計り取り、丸型TAPPI抄紙機にて150メッシュワイヤー（面積 200 cm^2 ）で抄紙した。次に、 4.18 kgf/cm^2 で5分間さらに 4.18 kgf/cm^2 で2分間プレス機にてプレス脱水し、50℃で1時間緊張乾燥して手抄き紙を作成した。

【0047】

[比較例 28]

ポリアクリルアミドを添加しない以外は、実施例22と同様にして手抄き紙を作成した。

【0048】

実施例 22～28 及び比較例 22～28 の手抄き紙を 23℃、湿度 50% の条件で 1 日間調湿した後、密度、裂断長、白色度、不透明度を前述の方法で測定し、結果を表 6 に示した。

【0049】

【表 6】

	紙力増強剤	密度 (g/cm ³)	裂断長 (km)	ハンター白 色度 (%)	ハンター不 透明度 (%)
実施例 22	PAM-01	0.549	4.10	84.9	86.0
実施例 23	PAM-02	0.552	4.09	84.8	85.9
実施例 24	PAM-03	0.550	4.10	84.8	85.9
実施例 25	PAM-04	0.552	4.08	84.9	86.0
実施例 26	PAM-05	0.553	4.05	84.9	85.8
実施例 27	PAM-06	0.551	4.07	84.7	85.9
実施例 28	PAM-07	0.551	4.05	84.8	85.8
比較例 22	PAM-08	0.555	3.97	84.6	85.7
比較例 23	PAM-09	0.560	3.98	84.7	85.2
比較例 24	PAM-10	0.561	3.95	84.5	85.0
比較例 25	PAM-11	0.559	3.84	84.2	85.1
比較例 26	澱粉-01	0.570	3.85	84.4	84.7
比較例 27	澱粉-02	0.565	3.91	84.1	84.6
比較例 28	なし	0.551	3.57	84.8	84.9

【0050】

【発明の効果】

表 3～6 に示されるように、pH2 における電荷量が 2.0m 当量/g 以下で、かつ pH12 における電荷量が 2.0m 当量/g 以下を示すポリアクリルアミドを含有した実施例の紙は、これより電荷量が多いポリアクリルアミド、あるいは澱粉を含有した比較例の紙に比べて、密度が増加させることなく、裂断長は向上し、不透明度や白色度も高く、光学特性も良好であった。また、この結果から紙力増強剤を添加していないもの (Blank) に対して相対結合面積の増加量が小さいポリアクリルアミド (PAM-01～PAM-07) は、相対結合面積の増加量が多いポリアクリルアミド (PAM-08～PAM-011) や澱粉 (澱粉-01～澱粉-02) に比べて、本発明で目的とする効果が得られることも判明した。

特2002-093053

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 密度が増加することなく、紙力が向上し、光学特性の良好な嵩高紙を提供する。

【解決手段】 p H2における電荷量が2.0m当量／g以下で、かつ p H12における電荷量が2.0m当量／g以下であるポリアクリルアミドを配合することにより、紙の密度を増加させることなく引張り強度を向上し、不透明度や白色度等の光学特性が良好な嵩高紙が得られる。このポリアクルアミドは低密度の填料、嵩高剤、嵩高パルプと併用しても、紙の密度を増加させることなく紙力を向上させることができる。

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-093053
受付番号	50200448582
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成14年 3月29日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 3月28日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000183484]

1. 変更年月日	1993年 4月 7日
[変更理由]	名称変更
住 所	東京都北区王子1丁目4番1号
氏 名	日本製紙株式会社